SNI 07-1175-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji komposisi kimia aluminium dan paduan aluminium dengan spektrofotometer serapan atom

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional

Diubah ke SNI 1157-1989
SII M65 - 0

DAFTAR ISI

CARA UJI KOMPOSISI KIMIA ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM DENGAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji komposisi kimia aluminium dan paduan aluminium dengan spektrofotometer serapan atom.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 — 85,[1] *Pengambilan Contoh Uji Logam-logam Bukan Besi dan Paduannya untuk Uji Komposisi Kimia.*

3. CARA UJI

3.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan HCl dan H_2O_2 lalu diencerkan sampai volume tertentu, kemudian ukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom. Metoda ini digunakan untuk penentuan kadar besi, tembaga, mangan, seng, magnesium, krom, nikel, bismut dan timbal dengan konsentrasi seperti tercantum pada Tabel I.

Tabel I
Unsur-unsur dan Batas Konsentrasi

Unsur-unsur	Batas Konsentrasi %
Fe	0,005 — 1,5
Cu	0,005 — 1,5
Mn	0,005 — 1,5
Zn	0,005 — 1,5
Mg	0,005 — 1,5
Cr	0,01 — 0,5
Ni	0,005 — 1,5
Bi	0,1 — 1
Pb	0,1 — 1

3.2. Peralatan

Spektrofotometer serapan atom (A.A.S.).

3.3. Pereaksi

3.3.1. Asam klorida, HCl (1+1)

3.3.2. Larutan hidrogen peroksida, H_2O_2.

3.3.3. Larutan stronsium (100 mg Sr/ml).

Larutkan 30,8 g stronsium klorida ($SrCl_2.6H_2O$) dalam air dan encerkan sampai 100 ml.

3.3.4. Larutan amonium klorida (27 % b/v).

3.3.5. Larutan baku besi (1 mg Fe/ml dan 50 μg Fe/ml).

Timbang 1,000 g besi (kemurnian min. 99,5 %) kemudian masukkan kedalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml HNO_3 (1+1), dan tutup dengan kaca arloji, kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi besi yang dibutuhkan.

3.3.6. Larutan baku tembaga (1 mg Cu/ml dan 50 μg Cu/ml).

Timbang 1,000 g Cu (kemurnian min. 99,96 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml dan tambah 30 ml HNO_3 (1+1), tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanaan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera.
Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi tembaga yang di butuhkan.

3.3.7. Larutan baku mangan (1 mg Mn/ml dan 50 μg Mn/ml).

Timbang 1,000 g Mn (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml dan tambahkan 30 ml HCl (1+1), tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.
Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi mangan yang dibutuhkan.

3.3.8. Larutan baku seng (1 mg Zn dan 50 μg Zn/ml).

Timbang 1,000 g Zn (kemurnian min.99,99 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml HCl (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.
Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi seng yang dibutuhkan.

3.3.9. Larutan baku magnesium (1 mg Mg/ml dan 50 μg Mg/ml).

Timbang 1,000 g Mg (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml HCl (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.
Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi magnesium yang dibutuhkan.

3.3.10. Larutan baku krom (1 mg Cr/ml dan 50 μg Cr/ml).

Timbang 1,000 g Cr (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml HCl (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi krom yang dibutuhkan.

3.3.11. Larutan baku nikel (1 mg Ni/ml dan 50 μg Ni/ml).

Timbang 1,000 g (kemurnian min. 99,95 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml HNO_3 (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan lalu pindahkan ke dalam labu

ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi nikel yang dibutuhkan.

3.3.12. Larutan baku bismut (1 mg Bi/ml).

Timbang 1,000 g Bi (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml HNO_3 (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam lbu ukur ukuran 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan 10 x dengan HNO_3 (1+5) untuk mendapatkan konsentrasi bismut yang dibutuhkan.

3.3.13. Larutan baku timbal (lmg Pb/ml).

Timbang 1,000 g Pb (kemurnian min. 99,99 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml HNO_3 (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan 10 x dengan air untuk mendapatkan konsentrasi timbal yang dibutuhkan.

3.3.14. Larutan timah

Timbang 0,1 g Sn (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimian 300 ml, tambah 30 ml HCl (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian panaskan jangan sampai mendidih dengan disentuhkan kawat platina. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan HCl (1+5) sampai tanda tera.

3.4. Prosedur

3.4.1. Timbang 1,000 g contoh, masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tutup dengan kaca arloji, tambah 30 ml HCl (1+1) dan panaskan (Catatan 1). Tambah 1 ml larutan H_2O_2 (Catatan 2) uraikan dengan pemanasan dan didihkan sebentar untuk menghilangkan kelebihan H_2O_2 (Cat atau 3 dan 4). Dinginkan, lalu pndahkan ke dalam labu ukur 100 ml (Catatan 5) dan encerkan dengan air panas smpai tanda tera.

3.4.2. Pipet aliquot sesuai Tabel II masukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Untuk penentuan magnesium tambah 2 ml larutan stroncium (Catatan 6) dan encerkan dengan air sampai tepat 100 ml.

Tabel II
Perbandingan Aliquiot

Unsur	Konsentrasi %	Perbandingan	Konsentrasi Larutan Baku mg/100 ml
Besi	0,005 — 0,1	1	0 — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Tembaga	0,005 — 0,1	1	0, — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Mangan	0,005 — 0,1	1	0, — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Seng	0,005 — 0,1	1/2	0 — 0,5
	0,1 — 1,5	1/10	0 — 1,4
Magnesium	0,005 — 0,1	1/5	0 — 0,2
	0,1 — 1,5	1/20	0 — 0,7
Krom	0,01 — 0,5	1	0 — 5
Nikel	0,005 — 0,1	1	0 — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Bismut	0,1 — 1	1	0 — 10
Timbal	0,1 — 1	1	0 — 10

3.4.2. Ukur serapan masing-masing unsur dalam aliquot sesuai dengan syarat pengukuran seperti tercantum pada Tabel III.

Tabel III
Syarat Pengukuran

Unsur	Garis Analisa nm	Nyala Api yang Dipakai
Besi	248,3 372,0	Udara — asetilen
Tembaga	324,8	udara — asetilen
Mangan	279,5	udara — asetilen
Seng	213,9	udara — asetilen
Magnesium	285,2	udara — asetilen
Krom	357,9	udara — asetilen
Nikel	232,0 341,5	udara — asetilen
Bismut	223,1 306,8	udara — asetilen
Timbal	217,0 283,3	udara — asetilen

3.5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Timbang 1,000 g Al yang diketahui kadar pengotornya atau Al refining (kemurnian min. 99,99 %), masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, dan panaskan seperti prosedur 3.4.1. Tambah secara bertahap larutan baku untuk masing-masing unsur yang ditentukan seperti tercantum pada Tabel IV. (Jumlah masing-masing larutan sesuai dengan batas konsentrasi), dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan lanjutkan pengerjaan sesuai dengan prosedur 3.4.2. dan selanjutnya. Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap konsentrasi dari masing-masing larutan baku (Catatan 7).

Tabel IV
Jumlah Larutan Baku yang Ditambahkan
(Volume larutan 100 ml.)

Serie	Berat Tiap Unsur yang Ditambahkan mg	Konsentrasi Larutan µg/ml	Kadar %	Berat Al yang Ditambahkan g
1	0	0	0	1,00
2	0,05	0,5	0,005	1,00
3	0,10	1,0	0,010	1,00
4	0,30	3,0	0,030	1,00
5	0,60	6,0	0,060	1,00
6	1,0	10,0	0,10	1,00
7	3,0	30,0	0,30	1,00
8	6,0	60,0	0,60	1,00
9	10,0	100,0	1,0	1,00
10	15,0	150,0	1,5	1,00

3.6. Perhitungan

Kadar masing-masing unsur diperoleh dari kurva kalibrasi yang dibuat menurut prosedur 3.5. Sedangkan kadar (dalam %) dari masing-masing yang terkandung dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar unsur} = \frac{A}{W \times B} \times 100\ \%$$

Di mana :

A = kadar terukur dari unsur didalam larutan contoh (g).
W = berat contoh (g).
B = perbandingan larutan contoh.

Catatan :

1. Bila contoh aluminium dan aluminium baku yang digunakan untuk membentuk kurva kalibrasi sulit dilarutkan, tambahkan 2 ml larutan timah.

Bila nikel atau tembaga dalam contoh tidak ditentukan, dapat ditambah 2 mg larutan baku garam nikel atau garam tembaga dari butir 3.3.

2. Bila kadar tembaga dalam contoh tinggi, tambah lebih banyak H_2O_2.
3. Bila larutan keruh atau ada endapan silikon, saring dengan kertas saring tipe sedang, cuci dengan air hangat dan bakar dalam cawan platina. Tambahkan HF, larutkan residu dengan sedikit HCl (1+1) dan gabungan dengan larutan utama.
4. Bila H_2O_2 tersisa akan menyebabkan nilai-nilai pengamatan yang rendah, maka perlu dipanaskan sisa H_2O_2 habis.
5. Bila penetapan kadar krom dengan nyala api udara setilen, tambahkan 1,5 ml larutan NH_4Cl. Dalam hal ini kurva kalibrasi juga dibuat dengan menambahkan larutan NH_3Cl.
6. Kalau magnesium akan ditetapkan kadarnya, tambah 2,0 ml larutan [illegible] sium, seandainya kadar magnesium lebih dari 0,1 g larutan stronsium [illegible] dak perlu ditambah.
7. Dalam pembuatan kurva kalibrasi dapat dipakai metoda penamb[illegible] dar.

   Akan tetapi metoda ini dipakai hanya bila kurva kalibrasi bena[illegible] rupakan garis lurus yang melalui titik pangkal (0.0) untuk daera[illegible] trasi rendah.

Catatan :

1) diubah menjadi : SNI.1137-1989-A

SII.1465-85